

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-12932

(43) 公開日 平成9年(1997)1月14日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 5/23	P Q V		C 0 9 D 5/23	P Q V
B 0 1 F 15/06			B 0 1 F 15/06	Z
B 2 9 B 7/82		9350-4F	B 2 9 B 7/82	
G 1 1 B 5/842		7303-5D	G 1 1 B 5/842	A

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平7-159337

(22) 出願日 平成7年(1995)6月26日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 奥村 正秀

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会社
社研究所内

(72) 発明者 大塚 仁史

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72) 発明者 細矢 学

栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(74) 代理人 弁理士 羽鳥 修 (外1名)

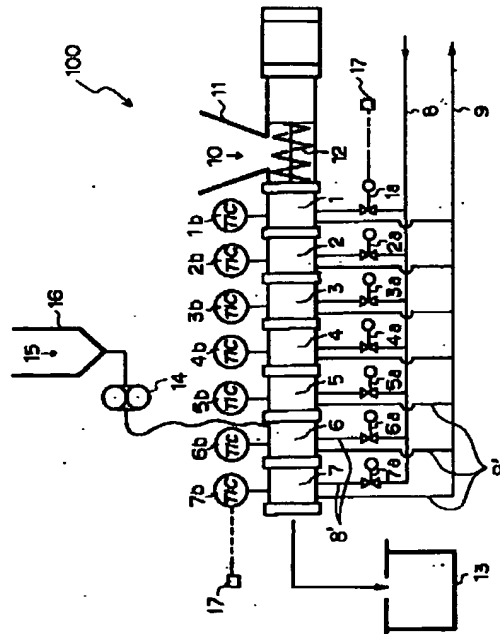
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁性塗料の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 分散不良を起こさず、分散性に優れた磁性塗料の製造方法を提供すること。

【構成】 本発明は、連続式2軸混練機を用いて磁性塗料を混練する混練工程を含む磁性塗料の製造方法において、上記混練機の混練部に加熱・冷却可能な装置を装備し、該混練部の温度を20～50℃に制御させることを特徴とする磁性塗料の製造方法である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 連続式2軸混練機を用いて磁性塗料を混練する混練工程を含む磁性塗料の製造方法において、上記混練機の混練部に加熱・冷却可能な装置を装備し、該混練部の温度を20～50℃に制御させることを特徴とする磁性塗料の製造方法。

【請求項2】 上記混練部の温度を、25～35℃に制御させる請求項1記載の磁性塗料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、磁気テープや磁気ディスク等の磁気記録媒体の磁性層に使用される磁性塗料の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】磁気テープや磁気ディスク等の磁気記録媒体の磁性層は、一般に磁性塗料を非磁性支持体上に塗布し、乾燥することにより得られる。磁性塗料は、溶媒中に主に固形の磁性粉と結合剤とを含有しており、その他に磁気記録媒体に要求される種々の特性を満たすために、通常、帯電防止剤、研磨剤、潤滑剤、分散剤等が添加されている。そして、非磁性支持体上に塗布する前に、磁性層の硬度を調整するために硬化剤が添加される。

【0003】磁性塗料の主な製造方法としては、次に示す方法が挙げられる。即ち、先ずニーダー、連続式ニーダー（エクストルーダー）等の如き強力な混練機を用いて、磁性粉と少量の結合剤樹脂とを混練し、更に溶剤を加えて固形分濃度35～45%（重量基準、以下同じ）にて攪拌してペースト状のミルベースを得る。次いで、サンドミル等により分散操作を行って、固形分の分散状態を向上させる。その後、溶媒を添加して固形分濃度30～40%に希釈し、汙過によって凝集物や不純物を除去する。そして、更に硬化剤を添加することにより磁性塗料を得る。上述のようにして製造された磁性塗料を非磁性支持体上に塗布することにより、磁気記録媒体の磁性層が得られる。

【0004】ところで、磁気記録媒体においては、優れた耐久性や電磁変換特性等の特性が要求され、かかる特性を有する磁気記録媒体を得るためには、磁性塗料中の磁性粉が均一に分散していることが必要である。そこで、分散性を向上させるために、磁性粉と結合剤とを高濃度状態で前記混練機を用いて、高剪断力を付加して混練するなど、種々の方法が提案されている。

【0005】例えば、特開平4-176020号公報には、混練物の温度を結合剤のガラス転移温度又は結合剤の合成値よりも高く、かつ溶剤の沸点よりも低くすることが提案されている。また、特開平4-286724号公報には、温度上昇の生じる混練部に冷却水を通し、その最終位置での混練物の温度検出によって、混練部での冷却水温度と該冷却水の流量とをコントロールする（温

度の規定はなし）ことが提案されている。また、混練物の固形分濃度、パドルの選定、溶媒の種類や量等の検討もなされている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の何れの方法によっても、前記混練機を用いて高剪断力を付加して混練物を得ようとする、混練部分に局所的な発熱等が発生し、混練物全体を十分にぬらし、かつ分散状態を安定にかつ良好に保てなかった。

10 【0007】従って、本発明の目的は、分散不良を起こさず、分散性に優れた磁性塗料の製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、鋭意研究した結果、連続式2軸混練機を用いて磁性塗料を混練して磁性塗料を製造するに際し、上記混練機の混練部を特定の温度に制御させることにより、上記目的を達成し得ることを知見した。

20 【0009】本発明は、上記知見に基づきなされたもので、連続式2軸混練機を用いて磁性塗料を混練する混練工程を含む磁性塗料の製造方法において、上記混練機の混練部に加熱・冷却可能な装置を装備し、該混練部の温度を20～50℃に制御させることを特徴とする磁性塗料の製造方法を提供するものである。

【0010】以下、本発明の磁性塗料の製造方法について詳細に説明する。

30 【0011】本発明の製造方法は、連続式2軸混練機を用いて磁性塗料を混練する混練工程を含むものである。そして、上記混練工程において使用される連続式2軸混練機は、その混練部（バレル）に加熱・冷却可能な装置を装備し、該混練部の温度を、20～50℃、好ましくは25～35℃に制御することにより調整される。ここで、上記混練部の温度が20℃未満であると、混練物へのぬれ性アップが図れず、分散性向上もねらうことができず、また50℃を越えると、混練物の粘性が低下し、所望の剪断力を作用させることができなくなる。

40 【0012】上記混練工程において混練される混合物は、磁性粉、結合剤及びその他の添加剤を含有するものであり、該混合物に更に溶剤が加えられる。上記磁性粉としては、強磁性金属粉末、マグネタイト化磁性粉等が好ましく挙げられ、上記結合剤としては、塩化ビニル系共重合体、ポリエステル系ポリウレタン樹脂等が好ましく挙げられ、上記溶剤としては、メチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノン及びこれらの混合溶剤等が挙げられ、特にメチルエチルケトン／トルエン／シクロヘキサノンが2／2／3の比で構成される混合溶剤が好ましい。上記添加剤としては、酸化アルミニウム等の研磨剤、カーボンブラック等の帯電防止剤、高級脂肪酸、高級脂肪酸の低級アルコールエステル等の潤滑剤等が挙げられる。

【0013】また、上記混練工程において混練する際の混練条件は、例えば、栗本鉄工（株）製の連続式2軸混練機（KEX-40）を用いた場合には、混練時間が2～5分であるのが好ましく、混練物の供給速度が5～15Kg/Hrsであるのが好ましい。

【0014】上記混練工程で得られた混練物は、その固形分が60～40重量%（以下%と略す）となるまで混練した後、タンクに蓄えられる。その後、ディスパー、二軸ミキサー、ホモミキサー等の攪拌装置にて該混練物をさらに希釈解砕し、その固形分を40～30%とする。次いでサンドミル等を用いて分散し、汙過した後、必要に応じてイソシアネート系等の硬化剤を添加して磁性塗料を得ることができる。

【0015】本発明の製造方法における上記混練工程以外の工程は、従来の磁性塗料の製造方法における工程と特に変わらない。

【0016】本発明の製造方法により得られた磁性塗料は、ポリエチレンテレフタレート等の支持体上に乾燥塗膜が好ましくは6～10 μ mとなるようにアプリケーション等をもちいて塗布し、乾燥させて磁性層を形成することができ、磁気テープや磁気ディスク等の磁気記録媒体の磁性層として使用される。

【0017】

【実施例】以下、本発明の製造方法について、該製造方法に使用される連続式2軸混練機と共に図面を参照しながら説明する。図1は、本発明の製造方法に使用される連続式2軸混練機（一对のスクリュー（2本のブレード付軸）が横方向に並列されているもの）を示す概略図である。

【0018】本実施例で用いられる上記連続式2軸混練機100は、図1に示すように、加熱・冷却可能な装置を装備した混練部1～7と、混練される混合物10を供給する混合物供給用ホッパー11と、一对のスクリュー12と、ポンプ14を通じて溶剤15を供給する溶剤用ホッパー16とを具備して構成されている。ここで、上記溶剤15は、上記混練部1～7の中央部より出口側から供給されるのが好ましい。特に、図1で示すように、溶剤を混練部6から供給して、混練部1～5では溶剤なしの高剪断力による混練を行い、混練部6及び7では希釈混練を行うのが更に好ましい。また、上記混練部1～7は、加熱又は冷却して所定の温度とするための供給水を通すために、内壁と外壁とを有し、それらの間に水路を有する二重構造からなっている。また、上記各混練部間1～7の水路は、隔壁により遮断してある。

【0019】また、上記加熱・冷却可能な装置としては、供給水を供給する配管8と、該配管8から各混練部1～7に供給する枝管8'と、該枝管8'に備えられた電磁弁1a～7aと、各混練部1～7の供給水を排水する枝管9'と、該枝管9'から排水を送り出す配管9 *

〔配合物〕

*と、各混練部1～7に別に備えられ、上記電磁弁1a～7aの開度を調節する発信器付温度計（センサー；TIC）1b～7bとから構成されている。上記枝管8'及び上記発信器付温度計1b～7bは、上記供給水を供給できるように上記混練部1～7につながれている。また、上記各混練部1～7につながれた上記枝管8'は、それぞれ電磁弁1a～7aを備えている。更に、該電磁弁1a～7a及び該発信器付温度計1b～7bは、それぞれ制御盤17に接続されている。

10 【0020】そして、上記加熱・冷却可能な装置は、上記混練部の温度を20～50℃、好ましくは25～35℃に制御させるように装備されている。具体的には、特に、混練時に混練部で熱が発生するため、各混練部1～7それぞれの温度に応じて、配管8から供給水（冷水又は温水）を、電磁弁1a～7aを通し各混練部に供給し、各混練部から配管9にて上記供給水が戻される。そして、発信器付温度計（センサー；TIC）1b～7bにより電磁弁1a～7aの開度を調整し、混練部の温度制御をする。なお、上記電磁弁1a～7a及び上記発信器付温度計1b～7bは、制御盤17に接続され、該制御盤17でコントロールされる。また、上記供給水の温度は、冷水は10℃、温水は任意（10～100℃）に設定可能とする。

【0021】本発明の製造方法は、図1に示す上記連続式2軸混練機を用いて次のように実施される。即ち、混合物供給用ホッパー11内に磁性粉、結合剤及びその他の添加剤からなる混合物10を入れ、スクリュー12により、混練部1～7に送り混練が行われる。また、溶剤用ホッパー16内に溶剤15を供給し、ポンプ14を通して、混練部に供給され、混練される。また、上記混練時には、各混合部の温度を20～50℃、好ましくは25～35℃に制御するため、発信器付温度計（センサー；TIC）1b～7bにより電磁弁1a～7aの開度を調整する。そして、混練された混練物は、タンク13に蓄えられる。

【0022】本発明に用いられる上記連続式2軸混練機は、混練部が7～10個に分かれて接続されていて、それぞれの混練部を温度調節できるようにされているのが好ましい。

40 【0023】以下の実施例1～5及び比較例1～5により、本発明の製造方法を具体的に説明する。なお、磁性塗料の混練組成物として、強磁性金属粉末を用いた例（実施例1～4、比較例1～4）及びマグネタイト化磁性粉を用いた例（実施例5、比較例5～6）を示す。また、以下で使用する連続式2軸混練機としては、上述した図1の連続式2軸混練機を用いた。

【0024】実施例1

混練工程において以下の配合物を連続式2軸混練機で各混練部の温度が20℃になるように制御し、混練する。

5

6

磁性粉(軸比1/10のメタル粉)	100重量部
塩化ビニル系共重合体(結合剤)	10重量部
ポリエステル系ポリウレタン樹脂(結合剤)	5重量部
酸化アルミニウム(研磨剤)	10重量部
カーボンブラック(帯電防止剤)	1重量部
高級脂肪酸(潤滑剤)	1重量部
高級脂肪酸の低級アルコールエステル(潤滑剤)	1重量部

混練された上記配合物に、溶媒(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン=2/2/3)を加え、さらに上記連続式2軸混練機で混練し、固形分60%の混練物を得る。そして、攪拌装置にて上記混練物を固形分が60%から40%になるように希釈解砕し、次いでサンドミルを用いて分散し、予過した後イソシアネート系の硬化剤5重量部を添加し、磁性塗料を得る。そして、上記磁性塗料をポリエチレンテレフタレートフィルム上に乾燥塗膜が約10 μ mとなるようにアプリケーションを用いて塗布し、乾燥させて磁性層を形成する。得られた磁性層を有するフィルムを一部切り取り、市販のグロスメーターで光反射率(以下、グロスという)を求めたところ、121%であった(グロス測定時の入射角は60度での値を使用している。また、ここでの分散度の基準は、グロスの絶対値ではなく、グロスの相対比較で判断する)。さらに、分散状態が向上すると、粒子の配向度が上昇することから、残留磁束密度/飽和磁束密度との比である角形比の測定も行い、分散状態を評価した。そ*

〔配合物〕

磁性粉(Ba-Fe粉)	100重量部
塩化ビニル系共重合体(結合剤)	10重量部
ポリエステル系ポリウレタン樹脂(結合剤)	5重量部
酸化アルミウム(研磨剤)	10重量部

混練された上記配合物に、溶媒(メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン=2/2/3)を加え、さらに上記連続式2軸混練機で混練し、固形分60%の組成物を得る。次いで、攪拌装置にて、上記混練物を固形分60%から40%になるように希釈解砕し、磁性塗料を得る。そして、上記磁性塗料をポリエチレンテレフタレートフィルム上に乾燥塗膜が約10 μ mとなるようにアプリケーションを用いて塗布し、乾燥させて磁性層を形成する。得られた磁性層を有するフィルムを一部切り取 ※

*の結果は0.86であった。

【0025】実施例2~4

10 上記混練部温度を下記〔表1〕に示すように変化させ、実施例1と同様の測定を行った。それらの結果を下記〔表1〕に示す。

【0026】比較例1

実施例1と同様の混練工程において、混練機の混練部温度を5℃に制御し混練を行い、実施例1と同様に磁性塗料のグロスを測定したところ、89%であった。また角形比は0.81であった。

【0027】比較例2~4

20 上記混練部温度を下記〔表1〕に示すように変化させ、実施例1と同様の測定を行った。それらの結果を下記〔表1〕に示す。

【0028】実施例5

混練工程において以下の配合物を連続式2軸混練機で、各混練部の温度が30℃になるように制御し、混練する。

※り、市販のグロスメーターでグロスを求めたところ、110%であった。また、角形比は0.81であった。

【0029】比較例5及び6

実施例5の配合物を、連続式2軸混練機で、各混練部の温度が10℃又は60℃になるように制御し混練を行い、実施例5と同様に磁性塗料のグロス及び角形比を測定した。それらの結果を下記〔表2〕に示す。

【0030】

〔表1〕

	混練温度 (℃)	グ ロ ス	角 形 比
実施例1	20	121	0.86
実施例2	30	124	0.87
実施例3	40	122	0.86
実施例4	50	119	0.86
比較例1	5	89	0.81
比較例2	10	98	0.83
比較例3	60	103	0.84
比較例4	70	95	0.83

【0031】

* * 【表2】

	混練温度 (℃)	グ ロ ス	角 形 比
実施例5	30	110	0.81
比較例5	10	92	0.71
比較例6	60	98	0.73

【0032】また、得られた磁性塗料（〔表1〕）について、混練温度と分散性との関係及び混練温度と分散状態との関係をグラフにし、それぞれ図2及び図3に示す。以上の結果より、本発明の製造方法によれば、混練時における混練機の混練部温度を制御することにより、磁性塗料の分散性が上がることが判る。

【0033】

【発明の効果】本発明の製造方法（請求項1）によれば、分散不良を起こさず、分散性の安定した磁性塗料を得ることができる。本発明の製造方法（請求項2）によれば、更に分散性の安定した磁性塗料を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の製造方法に使用される連続式2軸混練機を示す概略図である。

【図2】図2は、混練温度と分散性との関係を示すグラフである。

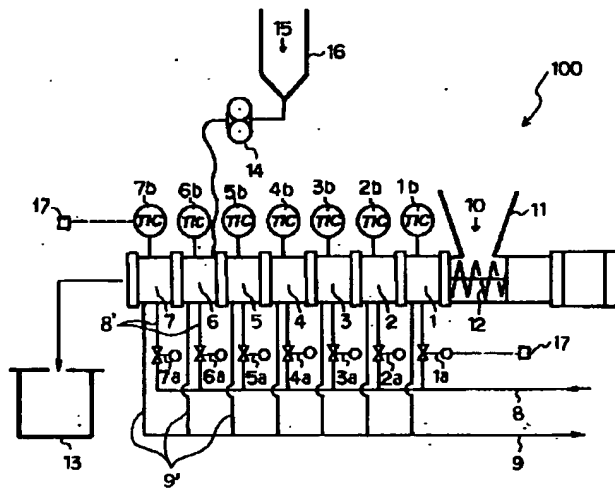
【図3】図3は、混練温度と分散状態との関係を示すグ※

※ラフである。

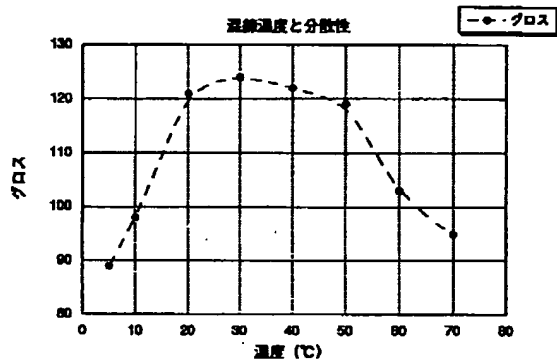
【符号の説明】

- 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 混練部
- 1a, 2a, 3a, 4a, 5a, 6a, 7a 電磁弁
- 1b, 2b, 3b, 4b, 5b, 6b, 7b 発信器付温度計
- 8, 9 配管
- 8', 9' 枝管
- 10 混合物
- 11 混合物供給用ホッパー
- 12 スクリュー
- 13 タンク
- 14 ポンプ
- 15 溶剤
- 16 溶剤用ホッパー
- 17 制御盤
- 100 連続式2軸混練機

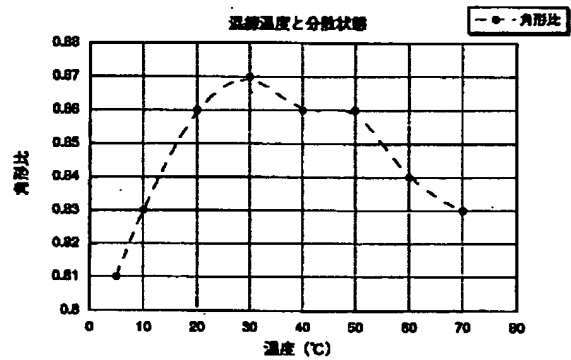
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 横山 耕治
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

(72)発明者 原 克俊
栃木県芳賀郡市貝町赤羽2606 花王株式会
社研究所内

DERWENT-ACC-NO: 1997-129009

DERWENT-WEEK: 199712

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Mfg magnetic coating compsns for tapes and disks - comprises using a continuous twin screw kneader with heating and cooling device, giving well dispersed particles

PATENT-ASSIGNEE: KAO CORP[KAOS]

PRIORITY-DATA: 1995JP-0159337 (June 26, 1995)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 09012932 A	January 14, 1997	N/A	006	C09D 005/23

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 09012932A	N/A	1995JP-0159337	June 26, 1995

INT-CL (IPC): B01F015/06, **B29B007/82** , C09D005/23 , G11B005/842

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 09012932A

BASIC-ABSTRACT:

Mfg. method (M) of magnetic coating compsns. (P) contains a kneading process, in which (P) is kneaded by means of a continuous twin screw kneader. The twin screw kneader has been fitted with a heating and cooling device in the kneading section to control temp. between 20 and 50 deg. C.

Pref. temp. of kneading section is controlled between 25 and 35 deg. C. A representative example of (P) contains 100 pts. wt. magnetic powder, 10 pts. wt. vinyl chloride type binder polymer, 5 pts. wt. polyester base polyurethane binder polymer, 10 pts. wt. aluminium oxide, 1 pt. wt. carbon black, 1 pt. wt. higher fatty acid, and such an amt. of MEK/toluene/cyclohexanone (2/2/3) mixt. solvent that solid concn. becomes 60 wt. %.

USE - (M) is suitable for mfg (P) used for forming magnetic layers of tapes and disks.

ADVANTAGE - (M) can produce (P) in which magnetic powder has been well and uniformly dispersed without causing poor dispersion.

CHOSEN- Dwg.0/3
DRAWING:

TITLE-TERMS: MANUFACTURE MAGNETIC COATING COMPOSITION TAPE DISC
COMPRISE CONTINUOUS TWIN SCREW KNEAD HEAT COOLING
DEVICE WELL DISPERSE PARTICLE

DERWENT-CLASS: A31 A32 A85 G02 L03 T03 V02

CPI- A11-A03; A12-E08A1; A12-E08A2; G02-A05B1; L03-B05A; L03-B05B; L03-
CODES: B05D;

EPI-CODES: T03-A02A1; T03-A02D1; V02-H02;

UNLINKED- ; 1544U ; 1669U
DERWENT-
REGISTRY-
NUMBERS:

ENHANCED- Polymer Index [1.1] 018 ; R00338 G0544 G0022 D01 D12 D10 D51
POLYMER- D53 D58 D69 D82 CI 7A ; H0000 ; H0011*R ; S9999 S1627 S1605 ;
INDEXING: P1796 P1809

Polymer Index [1.2] 018 ; P0931*R P1592 P0839 H0260 H0011
H0044 F41 F77 D01 D63 ; S9999 S1627 S1605

Polymer Index [1.3] 018 ; ND01 ; K9745*R ; K9392 ; N9999 N6439 ;
N9999 N5812*R ; N9999 N6177*R ; N9999 N6633 N6611 ; Q9999
Q6791 ; Q9999 Q7114*R ; Q9999 Q8888 Q8877 Q8855 ; Q9999
Q8899*R Q8877 Q8855

Polymer Index [1.4] 018 ; R00437 G1525 D01 D11 D10 D50 D84 F23
; R00862 D01 D02 D11 D10 D19 D18 D31 D50 D76 D87 ; R00867
D01 D14 D13 D31 D50 D76 D86 F23 ; A999 A475 ; A999 A771

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1997-041556

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1997-106651